



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

235636

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 09 C 1/36

/22/ Přihlášeno 14 11 83
/21/ /PV 8420-83/

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 15 11 86

(75)
Autor vynálezu

NEDOROST MIROSLAV dr. ing., MLČOCH ANTONÍN ing. CSc.,
PÁLFFY ALEXANDER ing., PŘEROV, CHALOUPKA VLADIMÍR ing.,
BRODEK u Přerova, HALAMOVÁ KVĚTOSLAVA, PŘEROV,
JIRÁKOVÁ DAGMAR ing., HULÍN

(54) Organofilní perleťové pigmenty a způsob jejich výroby

Organofilní perleťové pigmenty na základě slídových destiček potažených oxidy kovů, které jsou dodatečně povlečeny silikonovými sloučeninami - polyhydrogenmetylsiloxanem nebo polydimetylsiloxanem, nebo těmito sloučeninami s oxidem hlinitým a oxidem křemičitým se vyrábějí přidáváním vodného roztoku emulze polyhydrogenmetylsiloxanu nebo polydimetylsiloxanu k suspenzi slídy pokryté oxidy kovů za míchání.

U perleťových pigmentů se zvýšenou světlostálostí a odolností vůči povětrnostním vlivům se po přidavku vodného roztoku emulze vysráží oxid hlinitý a oxid křemičitý srážením hlinité soli a vodného roztoku křemičitanu sodného vodným roztokem alkalického hydroxidu do pH 7 až 7,5.

Organofilní pigmenty se používají do organických přípravků s hydrofobním charakterem, zvláště do různých plastických hmot, barev a laků.

Vynález se týká organofilních perleťových pigmentů na základě slídových destiček potažených oxidy kovů, které jsou dodatečně povlečeny silikonovými sloučeninami - polysiloxany, čímž obdrží hydrofobní charakter, a způsobu jejich výroby.

Perleťové lesklé pigmenty se používají v různých průmyslových odvětvích, například k pigmentaci plastických hmot, různých druhů barev a laků, v kosmetice pro laky na nehty, tyčinky na rty, v pudrech, v bižuterii apod.

K dokonalému rozvinutí vlastností perleťových pigmentů, zvláště lesku a barvivosti, je nutné jejich homogenní rozptýlení bez tvorby aglomerátů. Povrch perleťových pigmentů je značně hydrofilní, a proto se vyskytují potíže při jejich homogenním zpracování do organických přípravků s hydrofobními vlastnostmi.

Z odborné a patentové literatury je znám způsob hydrofobizace již více než 20 let, jak je uvedeno například v americkém patentovém spise 3 025 179 a v popise k AO 153 754. Teprve v patentovém spise 241 525 byla poprvé vyřešena hydrofobizace perleťových pigmentů na bázi slídy chemisorbci karboxylových kyselin s více než 4 atomy uhlíku s hydráty chromu nebo hliníku, předem vysrážených na povrchu perleťového pigmentu.

Zlepšený a šířeji propracovaný způsob přípravy organofilních pigmentů je uveden v popise k AO 236 728 srážením alkalických solí mastných kyselin s více než 8 atomy uhlíku, nebo naftenových kyselin a kyseliny ftalové anorganickými solemi zinku, manganu, hořčíku, kovů alkalických zemin a hliníku na povrchu perleťových pigmentů ve vodné suspenzi.

U tohoto vynálezu byla poprvé úspěšně vyřešena hydrofobizace perleťových pigmentů pomocí silikonových sloučenin, což jsou v podstatě substituované a disubstituované polysiloxany /polyhydrogenmetylsiloxan, polydimetylsiloxan, polymetylfenylsiloxan, polymetylallylsiloxan, polymetylbenzylsiloxan/. Tyto látky jsou nerozpustné ve vodě a z toho důvodu se používají ve formě stabilní emulze, nejlépe s neionogenním tenzidem.

Předmětem vynálezu jsou organofilní perleťové pigmenty na základě slídových destiček potažených kovovými oxidy, vyznačující se tím, že jsou dodatečně povlečeny polysiloxany v množství 0,05 až 3 %, výhodně 0,1 až 0,6 %, nebo polysiloxany v kombinaci s oxidem hlinitým v množství 0,1 až 3 %, výhodně 0,5 až 2 %, nebo s oxidem hlinitým a oxidem křemičitým v množství 0,1 až 1 %, výhodně 0,2 až 0,5 %, v přepočtu na hmotnost perleťového pigmentu.

Způsob přípravy organofilních perleťových pigmentů spočívá v tom, že se pigment co nejlépe suspenduje ve vodě v množství 50 až 200 g/l za míchání při teplotě 40 až 80 °C, přidá se zředěný 1 až 10% roztok silikonové emulze a po 15 až 30 minutách se upravená suspenze zfiltruje a vysuší při teplotě nad 100 °C a rozmělní.

U perleťových pigmentů, kde je požadována zvýšená světlostálost a odolnost vůči povětrnostním vlivům, se postupuje stejně, jen s tím rozdílem, že po přidavku silikonové emulze se přidá roztok hlinité soli o koncentraci 50 až 100 g/l v množství 0,5 až 1 % oxidu hlinitého na hmotnost perleťového pigmentu. Nato se během 30 až 60 minut suspenze zneutralizuje roztokem alkalického hydroxidu do pH 7 až 7,5. Použije-li se k dispergaci perleťového pigmentu roztok vodního skla v množství 0,2 až 0,5 % oxidu křemičitého, vysráží se vedle oxidu hlinitého a polysiloxanu i oxid křemičitý.

Hydrofobizace perleťových pigmentů se provádí vždy za míchání při zvýšené teplotě. Provádí-li se hydrofobizace v kombinaci s oxidem hlinitým, doporučuje se dispergovat suspenzi perleťového pigmentu známými dispergačními činidly, například vodním sklem, hexametafosfátem, alkalickými fosforečnany a monoetanolaminem v množství 0,02 až 0,5 % na hmotnost perleťového pigmentu. Povlak polysiloxanu s oxidem hlinitým a oxidem křemičitým má být stejnoměrný a homogenní. Rychlost srážení je třeba volit tak, aby se oxid hlinitý a oxid křemičitý vysrážely na povrchu pigmentu a nesrážely se mimo pigment. Nepochybně část polysiloxanu směřuje ven

z povrchu pigmentu a dává mu organofilní - hydrofobní charakter. Podle množství použitého polysiloxanu lze obdržet různý stupeň hydrofobnosti perleťových pigmentů, což umožňuje širší oblast jejich použití.

K nanášení vrstvy oxidu hlinitého se mohou použít všechny dobře ve vodě rozpustné soli hliníku, například síran hlinitý, chlorid hlinitý, síran hlinito-draselný a hlinité hydroxylové komponenty. K nanášení oxidu křemičitého se používá vodní sklo.

Podle tohoto nového způsobu se dosáhne dobré hydrofobnosti, která velmi zlepší zpracování pigmentů do organických přípravků. V kombinaci hydrofobizace s oxidem hlinitým a oxidem křemičitým se zvláště zlepší světelná stálost a odolnost vůči povětrnostním vlivům, aniž by se znatelně snížila barvivost a lesk perleťového pigmentu.

K přípravě organofilních perleťových pigmentů byla použita 40% emulze polyhydrogenmetylsiloxanu a polydimetylsiloxanu s 1 % emulgátorem lauryl-dimetyl-benzylamoniumchlorid.

P ř í k l a d 1

110 g pigmentu se rozplaví na objem 660 ml v odsolené vodě, zahřeje se na 70 °C a přidá se během 5 minut 1,4 g 40% emulze polyhydrogenmetylsiloxanu, zředěné ve 100 ml vody. Následuje prodleva 30 minut za míchání. Upravený produkt se zfiltruje a vysuší při teplotě 130 °C a rozmělní.

Pigment je úplně hydrofobizován a obsahuje 0,5 % polyhydrogenmetylsiloxanu na hmotnost pigmentu.

P ř í k l a d 2

Postup podle příkladu 1 s tím rozdílem, že se přidá jen 0,56 g 40% emulze polyhydrogenmetylsiloxanu zředěné v 50 ml vody. Pigment je středně hydrofobizován a obsahuje 0,2 % polyhydrogenmetylsiloxanu na hmotnost pigmentu.

P ř í k l a d 3

110 g pigmentu se rozplaví na objem 660 ml v odsolené vodě, zahřeje se na 70 °C, přidá se během 5 minut 1,4 g 40% emulze polydimetylsiloxanu zředěné ve 100 ml vody a 7,2 $\text{Al}_2/\text{SO}_4/3$. 18 H_2O rozpuštěných ve 100 ml vody. Během 60 minut se stejnoměrně dává 10% roztok hydroxidu sodného do pH 7 až 7,5. Následuje prodleva 30 minut za míchání při 70 °C. Upravený produkt se zfiltruje, promyje a vysuší při teplotě 150 °C a pomele.

Pigment je úplně hydrofobizován a obsahuje 0,5 % polydimetylsiloxanu a 1 % oxidu hlinitého na hmotnost pigmentu.

P ř í k l a d 4

Postup podle příkladu 3 jen s tím rozdílem, že po přidavku vodného roztoku emulze polydimetylsiloxanu a vodného roztoku síranu hlinitého se přidá vodný roztok křemičitanu sodného obsahující 0,55 g oxidu křemičitého. Další postup je shodný s příkladem 3.

Pigment je úplně hydrofobizován a obsahuje 0,5 % polydimetylsiloxanu, 1 % oxidu hlinitého a 0,5 % oxidu křemičitého na hmotnost pigmentu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Organofilní perleťové pigmenty na základě slídy, pokryté kovovými oxidy, vyznačující se tím, že jsou povlečeny polyhydrogenmetylsiloxanem nebo polydimethylsiloxanem ve hmotnostním množství 0,05 až 3 %, nebo polyhydrogenmetylsiloxanem v množství 0,05 až 3 % s oxidem hlinitým v množství 0,1 až 3 %, nebo polydimethylsiloxanem v množství 0,05 až 3 % s oxidem hlinitým v množství 0,1 až 3 %, nebo polyhydrogenmetylsiloxanem v množství 0,05 až 3 % s oxidem hlinitým v množství 0,1 až 3 % a oxidem křemičitým v množství 0,1 až 1 %, nebo polydimethylsiloxanem v množství 0,05 až 3 % s oxidem hlinitým v množství 0,1 až 3 % a oxidem křemičitým v množství 0,1 až 1 %, vždy se zřetelem na hmotnost pigmentu jako celku.

2. Způsob výroby organofilních perleťových pigmentů podle bodu 1, vyznačující se tím, že se k vodné suspenzi slídy pokryté kovovými oxidy o koncentraci 50 až 200 g/l za míchání a při teplotě 50 až 80 °C odměří zředěný 1 až 10% vodný roztok emulze polyhydrogenmetylsiloxanu nebo polydimethylsiloxanu a po 15 až 30 minutách se suspenze zfiltruje, vysuší při teplotě do 160 °C a pomele.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že se k vodné suspenzi slídy pokryté kovovými oxidy po přidavku vodného roztoku emulze polyhydrogenmetylsiloxanu nebo polydimethylsiloxanu odměří vodný roztok síranu hlinitého o koncentraci 50 až 100 g/l, suspenze se během 30 až 60 minut zneutralizuje roztokem alkalického hydroxidu do pH 7 až 7,5, po 15 až 30 minutách se zfiltruje, promyje, vysuší při teplotě do 160 °C a pomele.

4. Způsob podle bodů 2 a 3, vyznačující se tím, že se po přidavku vodné emulze polysiloxanů a síranu hlinitého přidá 10 až 20% roztok křemičitanu sodného, suspenze se během 30 až 60 minut zneutralizuje roztokem alkalického hydroxidu do pH 7 až 7,5 a po 15 až 30 minutách se suspenze zfiltruje, promyje, vysuší při teplotě do 160 °C a pomele.